ICS 73.060
D 46

中华人民共和国国家标准

GB/T 17418.1—2010
代替 GB/T 17418.1—1998

地球化学样品中贵金属分析方法 第1部分:总则及一般规定

Methods for analysis of noble metals in geochemical samples—Part 1:General rules and regulations

2010-11-10 发布　　2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　言

GB/T 17418《地球化学样品中贵金属分析方法》分为七个部分：

——第1部分：总则及一般规定；

——第2部分：铂量和钯量的测定　硫脲富集-催化极谱法；

——第3部分：钯量的测定　硫脲富集-石墨炉原子吸收分光光度法；

——第4部分：铱量的测定　硫脲富集-催化分光光度法；

——第5部分：钌量和锇量的测定　蒸馏分离-催化分光光度法；

——第6部分：铂量、钯量和金量的测定　火试金富集-发射光谱法；

——第7部分：铂族元素的测定　镍锍试金-电感耦合等离子体质谱法。

本部分为GB/T 17418的第1部分。

本部分代替GB/T 17418.1—1998《地球化学样品中贵金属分析方法　总则及一般规定》。

本部分与GB/T 17418.1—1998相比，主要变化如下：

——明确了本部分的适用范围；

——增加了正确度和精密度验证的内容；

——修改了对计量器具的校准和检定的内容；

——增加了仪器预试验验证和制样要求；

——增加了湿法处理试样对样品灼烧的要求；

——增加了使用方法标准中的人身安全和保护环境的要求。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：浙江省地质矿产研究所、国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人：郑存江、颜茂弘、王苏明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 17418.1—1998。

地球化学样品中贵金属分析方法 第1部分:总则及一般规定

1 范围

GB/T 17418的本部分规定了地球化学样品中贵金属分析方法总则及一般规定。

本部分适用于岩石及地球化学试样中贵金属元素的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过GB/T 17418的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 3100 国际单位制及其应用

GB/T 3101 有关量、单位和符号的一般原则

GB/T 3102(所有部分) 量和单位

GB/T 6379(所有部分) 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 总则

3.1 标准中所列方法,可作为仲裁分析、验证其他分析方法、标准物质定值分析及例行分析时使用。

3.2 同一元素有多个分析方法标准时,可根据试样的组成和含量情况选择最适合的方法。

3.3 分析结果以被测元素的相对质量分数表示,单位以10^{-6}(或μg/g)或10^{-9}(或ng/g)表示。单位为10^{-6}表示时,有效位数取××.×、×.××、0.××、0.0××;单位为10^{-9}表示时,有效位数取××、×.×、0.×。

3.4 用贵金属分析方法标准测量得到的数值,要根据分析中所用的仪器、容器等实际精度水平按GB/T 8170进行数字修约。

3.5 参与分析过程计算的各种元素和化合物的量等物理化学参数和符号执行GB/T 3100、GB/T 3101和GB/T 3102。

3.6 精密度试验和正确度试验按GB/T 6379的要求进行。

3.7 使用本方法进行样品测定时,应同时使用含量和基体相近的标准物质和重复试样进行正确度和精密度验证。

4 一般规定

4.1 试样粒度应小于74 μm。试样量不少于500 g。对于贵金属分布不均匀的特殊样品应进行碎样缩分试验,采用合理的流程碎样,以保证试样的均匀性和代表性。

4.2 一般试样应在105 ℃预干燥2 h,硫含量较高的试样应在60 ℃的鼓风干燥烘箱内干燥2 h～4 h,然后置于干燥器中,冷却至室温。

4.3 称量所用分析天平精度级别应与称样量相适应,天平与砝码应在检定合格周期内:

a) 称样量为1 g以下者,所用天平精度级别不应低于三级,其感量达到0.1 mg;

b) 称样量为1 g～10 g者,所用天平精度级别不应低于四级,其感量达到1.0 mg。

4.4 由于碳硫对贵金属湿法分析结果影响严重,除火试金方法外,一般均需将试样置入高温炉内,由低

温升至700 ℃并保持2 h以上。

4.5 容量器皿(容量瓶、滴定管、移液管等)应按国家有关标准校准或送检。

4.6 标准中所用的试剂,如无特殊说明,均指采用符合国家标准或行业标准的分析纯试剂。若用优级纯等其他规格的试剂,应注明试剂规格。

4.7 标准中所列出的酸、氨水、过氧化氢等液体试剂,如仅写出名称均指该试剂的浓溶液,并在该试剂名称后括号内注明其质量浓度。含结晶水的固体试剂,应在其名称后的括号内写出分子式。

4.8 配制溶液和样品分析过程中所用的水,均指蒸馏水或与其同等纯度的去离子水。

4.9 配制、贮存试剂溶液,采用硬质玻璃容器。对玻璃有腐蚀性的试剂、容易分解的试剂,应指明使用何种材料的容器贮存,贮存时的注意事项及贮存时间。

4.10 配制标准溶液应选择基准试剂或光谱纯试剂。用金属配制标准溶液时,其纯度应大于99.99%。新配制的标准溶液应进行比对或验证。

4.11 配制低浓度标准溶液应采取从高浓度逐级稀释的方法。

4.12 标准中所配制的溶液,除注明溶剂外,均指水溶液。

4.13 标准中常用的溶液的浓度有以下表示方式:

a) 物质B的质量浓度:物质B的质量除以混合物之总体积。量符号为ρ_B。在分析化学中,其单位常用g/L、mg/L、mg/mL、μg/mL或ng/mL等表示;

b) 物质B的物质的量浓度或物质B的浓度:物质B的物质的量除以混合物之总体积。量符号为c_B。在分析化学中,其单位常用mol/L或m mol/L表示。在实际应用时必须指明溶质的基本单元形式;

c) 物质B的质量分数:物质B的质量与混合物的质量之比或溶质的质量与溶液(溶质+溶剂)的质量之比。量符号为w_B。常用g/t,mg/g,μg/g,ng/g,"%"或10^{-2},10^{-6},10^{-9}等表示;

d) 物质B的体积分数:纯物质B与混合物在相同温度和压力下的体积之比。量符号为ϕ_B。常用"%","mL/L"及其分倍数表示;

e) 体积比:体积比系指液体试剂与溶剂之比例。用"V_1+V_2"表示,即将体积为V_1的特定溶液加入到体积为V_2的溶剂中;

f) 质量比:质量比系指在混合物中两特定成分同类量之比,而不是与总量之比。用"m_1+m_2"表示,即将质量为m_1和质量为m_2的试剂混合均匀。

4.14 标准中的换算因素、标准溶液的浓度,均应保留四位有效数字。

4.15 标准所列称取试料量,指通常情况。取样时可根据试样中待测元素含量高低增减,以控制称样量在最佳测量条件范围内。

4.16 由于贵金属赋存状态不同,即使均匀的样品,称样时还应注意最小取样量问题。按不小于最小取样量称取试料量。

4.17 为了保证分析质量,应进行(2~3)次测定,仲裁分析测定次数不少于5次,并给出不确定度。

4.18 测定试料时,应平行进行双份空白试验。计算结果应扣除空白值。

4.19 本标准允许使用不同型号的测量仪器,但在测定试料前,应根据所采用仪器的工作条件,检查仪器的稳定性能、线性关系,并用标准物质进行预试验验证。

4.20 用摄氏温标表示温度(℃):

标准温度是20 ℃,实验室温度一般指15 ℃~25 ℃。除另有规定外,冷水系指15 ℃以下,温水指40 ℃~60 ℃,热水指60 ℃以上。

4.21 使用易燃、易爆、有毒、有害等危险品,应采取相应措施,保障人身安全和环境质量。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
地球化学样品中贵金属分析方法
第 1 部分:总则及一般规定
GB/T 17418.1—2010
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷
*
书号:155066·1-41032

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

GB/T 17418.1-2010